

31.07.03

REC'D 19 SEP 2003

WIPO PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年 9月26日

出 願 番 号
Application Number: 特願 2 0 0 2 - 2 8 0 5 4 5

[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 2 - 2 8 0 5 4 5]

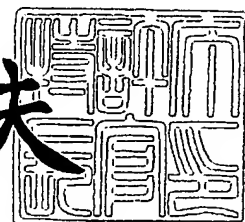
出 願 人
Applicant(s): T D K株式会社

**PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)**

2003年 9月 5日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 P-04407

【提出日】 平成14年 9月26日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H01F 1/34
C04B 35/38
H01F 37/00

【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケ
イ株式会社内

【氏名】 高山 建弥

【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケ
イ株式会社内

【氏名】 福地 英一郎

【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケ
イ株式会社内

【氏名】 村瀬 琢

【特許出願人】

【識別番号】 000003067

【氏名又は名称】 ティーディーケイ株式会社

【代理人】

【識別番号】 100100077

【弁理士】

【氏名又は名称】 大場 充

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 085823

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 フェライト材料

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Fe_2O_3 : 62～68mol%、 ZnO : 12～20mol%、 NiO : 0.2～5mol%、残部実質的に MnO を主成分とする焼結体からなり、

100℃における飽和磁束密度が450mT以上（測定磁界: 1194A/m）、かつコア損失の最小値が1200kW/m³以下（測定条件: 100kHz、200mT）であることを特徴とするフェライト材料。

【請求項2】 第1副成分として、 SiO_2 : 250ppm以下（ただし、0を含まず）および CaCO_3 : 2500ppm以下（ただし、0を含まず）を含むことを特徴とする請求項1に記載のフェライト材料。

【請求項3】 第2副成分として、 Nb_2O_5 : 400ppm以下（ただし、0を含まず）、 ZrO_2 : 1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 Ta_2O_5 : 1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 V_2O_5 : 1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 GeO_2 : 1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 In_2O_5 : 1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 Ga_2O_5 : 1000ppm以下（ただし、0を含まず）の一種または二種以上を含むことを特徴とする請求項1または2に記載のフェライト材料。

【請求項4】 第3副成分として、 SnO_2 : 10000ppm以下（ただし、0を含まず）および TiO_2 : 10000ppm以下（ただし、0を含まず）の一種または二種を含むことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のフェライト材料。

【請求項5】 コア損失が最小値を示す温度であるボトム温度が60～130℃の範囲に存在し、かつ室温における初透磁率が700以上であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のフェライト材料。

【請求項6】 相対密度が93%以上、平均結晶粒径が5～30μmである焼結体から構成されることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載のフェライト材料。

【請求項 7】 100℃における飽和磁束密度が500mT以上（測定磁界：1194A/m）、コア損失の最小値が1000kW/m³以下（測定条件：100kHz、200mT）、コア損失が最小値を示す温度であるボトム温度が80～120℃、室温での初透磁率が80.0以上であることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載のフェライト材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、100℃近傍の温度域における飽和磁束密度、透磁率が高く、かつ低損失なフェライト材料、およびこれを用いたトランス、リアクタ等の電子部品に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、電子機器の小型化、高出力化が進んでいる。それに伴い各種部品の高集積化、高速処理化が進み、電力を供給する電源ラインの大電流化が要求されている。また、CPUをはじめとする部品などからの発熱、あるいは自動車用電子回路のように使用環境温度の高い条件下など、高温域においても所定の性能を保つ電源ラインが要求されている。したがって、電源ラインに用いられるトランスやリアクタにも、高温下において大電流で使用されることが求められる。

これらトランスやリアクタに使用される材料としては、軟磁性金属材料とフェライト材料がある。フェライト材料はMnZn系フェライトとNi系フェライトに分類される。

軟磁性金属材料はフェライトに比べて飽和磁束密度が高いため、より大きな電流を流しても磁気飽和を起さない。しかしながら、軟磁性金属材料は、一般的に損失が高い、値段が高い、比重が高い、防錆性に劣るといった問題がある。

一方、フェライトはコストパフォーマンスに優れ、数十kHzから数百kHzの周波数帯域において損失が低いという利点がある。また、Ni系フェライトより飽和磁束密度が高いMnZn系フェライトが一般的に大電流用のトランスおよびチョークコイルに使用されている。しかしながら、近年の仕様要求の高度化に

対しては、MnZn系フェライトであっても100℃近傍の高温域（以下、単に高温域という）で飽和磁束密度が不十分であった。

【0003】

そこで、高温域における飽和磁束密度を向上するための検討が種々行われている。その中で例えば、特開2000-159523号公報には、酸化鉄の含有量が60～75mol%、酸化亜鉛の含有量が0～20mol%（ただし、0を含まず）および残部が酸化マンガランなり、100℃での飽和磁束密度が450mT以上であり、かつ50kHz、150mTでのコア損失の最小値が1500kW/m³以下であるフェライト焼結体が開示されている。

一方で、MnZn系フェライトの低損失化についても種々の提案がなされている。例えば、特公昭63-59241号公報、特開平6-310321号公報、同11-3813号公報等である。

【0004】

【特許文献1】

特開2000-159523号公報（特許請求の範囲）

【特許文献2】

特公昭63-59241号公報（特許請求の範囲）

【特許文献3】

特開平6-310321号（特許請求の範囲）

【特許文献4】

特開平11-3813号公報（特許請求の範囲）

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

特開2000-159523号公報に開示されたフェライト焼結体は、MnZn系フェライトの鉄量を増加することにより、高温度域で高飽和磁束密度を実現しているが、損失値は未だ高いレベルにある。特開2000-159523号公報に開示された材料のうちで比較的損失が低い材料は、損失値が最小を示す温度（本明細書中でボトム温度という）が20℃近傍にある。この材料は、一般的なトランス、リアクタ用コアが使用される温度帯域である60～130℃において

、損失の温度依存性が正の傾きになり、自己発熱による熱暴走の危険性を含んでいる。

【0006】

前述した特公昭63-59241号公報に開示されたフェライト材料は、150℃以上の温度域での低損失化を図っているが、飽和磁束密度に関する考慮はなされていない。また、ボトム温度が150℃以上であるため一般的なトランス、リアクタ用コアが使用される温度帯域では、損失、初透磁率の劣化を招く。特開平6-310321号公報、同11-3813号公報に開示されたフェライト材料も、高温域における飽和磁束密度と低損失に関する特性とを兼備することができなかった。

本発明は、このような技術的課題に基づいてなされたもので、高温域における飽和磁束密度が高く、かつ損失が低いフェライト材料の提供を課題とする。さらに本発明は、ボトム温度が60～130℃の範囲にあるフェライト材料の提供を課題とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、フェライト材料を構成する成分およびその量を選択することにより、高温域における飽和磁束密度が高く、かつ低損失のフェライト材料を得ることに成功した。このフェライト材料は、 Fe_2O_3 :62～68mol%、 ZnO :12～20mol%、 NiO :0.2～5mol%、残部実質的に MnO を主成分とする焼結体からなり、100℃における飽和磁束密度が450mT以上（測定磁界:1194A/m）、かつコア損失の最小値が1200kW/m³以下（測定条件:100kHz、200mT）であることを特徴としている。

本発明のフェライト材料において、第1の副成分として、 SiO_2 :250ppm以下（ただし、0を含まず）および CaCO_3 :2500ppm以下（ただし、0を含まず）を含むことが望ましい。さらに、第2の副成分として、 Nb_2O_5 :400ppm以下（ただし、0を含まず）、 ZrO_2 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 Ta_2O_5 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 V_2O_5 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 GeO_2 :1000p

ppm以下（ただし、0を含まず）、 In_2O_5 : 1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 Ga_2O_5 : 1000ppm以下（ただし、0を含まず）の一種または二種以上を含むことが望ましい。さらにまた、第3の副成分として、 SnO_2 : 10000ppm以下（ただし、0を含まず）および TiO_2 : 10000ppm以下（ただし、0を含まず）の一種または二種を含むことができる。

以上の本発明によるフェライト材料は、コア損失が最小値を示す温度であるボトム温度が60～130℃の範囲に存在し、かつ室温における初透磁率が700以上という特性を備えることができる。

【0008】

本発明によるフェライト材料は93%以上という高い相対密度を有し、しかも5～30 μm という微細な結晶組織を有する焼結体として提供される。そして、本発明によるフェライト材料は100℃における飽和磁束密度が500mT以上（測定磁界: 1194A/m）、コア損失の最小値が1000kW/m³以下（測定条件: 100kHz、200mT）、コア損失が最小値を示す温度であるボトム温度が80～120℃、室温での初透磁率が800以上という従来にない特性を得ることができる。

【0009】

【発明の実施の形態】

はじめに、本発明における成分の限定理由を説明する。

Fe_2O_3 の量を増加すると高温域における飽和磁束密度が向上する一方、コア損失が劣化する傾向にある。 Fe_2O_3 が62mol%より少ないと高温域における飽和磁束密度が低下する。一方、 Fe_2O_3 が68mol%を超えるとコア損失の増大が顕著となる。したがって、本発明では Fe_2O_3 を62～68mol%とする。この範囲では、 Fe_2O_3 量の増加に伴ってボトム温度は高温側へシフトする。望ましい Fe_2O_3 の量は63～67mol%、さらに望ましい Fe_2O_3 の量は63～66mol%である。

【0010】

ZnO の量も飽和磁束密度およびコア損失に影響を与える。 ZnO が12mol%より少ないと飽和磁束密度が低下するとともに、損失が大きくなる。また、

ZnOが20mol%を超えても飽和磁束密度が低下するとともに、損失が大きくなる。したがって本発明ではZnOを12～20mol%とする。この範囲では、ZnO量の増加に伴ってボトム温度は高温側へシフトする。望ましいZnOの量は13～19mol%、さらに望ましいZnOの量は14～18mol%である。

【0011】

NiOは、キュリー温度の上昇に伴い飽和磁束密度を向上するのに有効である。その効果を享受するために、本発明では0.2mol%以上含有する。しかし、5mol%を超えて含有せしめると、損失が大きくなる。したがって本発明では、NiOの量を0.2～5mol%とする。望ましいNiOの量は0.5～4mol%、さらに望ましいNiOの量は2～4mol%である。

本発明のフェライト材料は主成分として、上記以外に実質的な残部としてMnOを含む。

【0012】

つぎに、副成分の限定理由について説明する。

本発明のフェライト材料は、第1副成分としてSiO₂:250ppm以下（ただし、0を含まず）およびCaCO₃:2500ppm以下（ただし、0を含まず）を含むことができる。SiO₂およびCaCO₃は、結晶粒界に偏析して高抵抗層を形成して低損失に寄与するとともに焼結助剤として焼結密度を向上する効果を有する。SiO₂が250ppmを超え、あるいはCaCO₃が2500ppmを超えると、不連続異常粒成長による損失の劣化が大きい。そこで本発明では、SiO₂:250ppm以下、CaCO₃:2500ppm以下とする。一方、SiO₂が80ppm未満、あるいはCaCO₃が800ppm未満では上記効果を十分に得ることができないため、添加する場合には、SiO₂は80ppm以上、CaCO₃は800ppm以上とすることが望ましい。さらに望ましいSiO₂およびCaCO₃の量はSiO₂:80～200ppm、CaCO₃:1000～1800ppm、より望ましいSiO₂およびCaCO₃の量はSiO₂:80～150ppm、CaCO₃:1200～1700ppmである。

【0013】

本発明は第2副成分として、 Nb_2O_5 :400ppm以下（ただし、0を含まず）、 ZrO_2 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 Ta_2O_5 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 V_2O_5 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 GeO_2 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 In_2O_5 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）、 Ga_2O_5 :1000ppm以下（ただし、0を含まず）の一種または二種以上を含むことができる。その効果を十分に享受するためには、 Nb_2O_5 は50ppm以上、 ZrO_2 , Ta_2O_5 , V_2O_5 , GeO_2 , In_2O_5 , Ga_2O_5 は100ppm以上添加することが望ましい。さらに望ましい範囲は、 Nb_2O_5 :80~300ppm、 ZrO_2 , Ta_2O_5 , V_2O_5 , GeO_2 , In_2O_5 , Ga_2O_5 :200~800ppmである。なお、第2副成分を複合して添加する場合、添加量の合計は1000ppm以下とすることが望ましい。

【0014】

本発明は第3副成分として、 SnO_2 :10000ppm以下（ただし、0を含まず）および TiO_2 :10000ppm以下（ただし、0を含まず）の一種または二種を含むことができる。 SnO_2 および TiO_2 は、結晶粒内、結晶粒界に存在し損失低減の効果がある。10000ppmを超えると、不連続異常粒成長による損失の劣化や飽和磁束密度の低下を招く。そのために本発明では、 SnO_2 および TiO_2 の上限値を各々10000ppmとする。一方、以上の効果を十分享受するためには、第3副成分500ppm以上添加することが望ましい。さらに望ましい SnO_2 および TiO_2 の量は1000~8000ppm、より望ましい SnO_2 および TiO_2 の範囲は1000~7000ppmである。なお、第3副成分を複合して添加する場合、添加量の合計は10000ppm以下とすることが望ましい。

【0015】

本発明のフェライト材料は、上述した組成を適宜選択することにより、100℃における飽和磁束密度が450mT以上（測定磁界:1194A/m）、かつコア損失の最小値が1200kW/m³以下（測定条件:100kHz、200mT）という特性を得ることができる。特に、望ましい組成を選択することによ

り、

100℃における飽和磁束密度が500mT以上（測定磁界：1194A/m）、コア損失の最小値が1000kW/m³以下（測定条件：100kHz、200mT）という従来では得ることのできなかった特性を得ることができる。

【0016】

本発明のフェライト材料は、以上の特性に加えて、ボトム温度を60～130℃、さらには80～120℃の範囲に設定することができる。したがって、本発明のフェライト材料を用いたフェライト部品は、その実用的な使用温度帯域にボトム温度が存在することになる。しかも本発明のフェライト材料は、室温における初透磁率が700、さらには800以上という高い値を有している。

【0017】

次に、本発明によるフェライト材料にとって好適な製造方法を説明する。

主成分の原料としては、酸化物または加熱により酸化物となる化合物の粉末を用いる。具体的には、Fe₂O₃粉末、Mn₃O₄粉末、ZnO粉末およびNiO粉末等を用いることができる。用意する各原料粉末の平均粒径は0.1～3.0μmの範囲で適宜選択すればよい。

主成分の原料粉末を湿式混合した後、仮焼きを行う。仮焼きの温度は800～1000℃の範囲内の所定温度で、また雰囲気はN₂～空気の間で行えばよい。仮焼き後、仮焼き体を例えば、平均粒径0.5～2.0μm程度まで粉砕する。仮焼きの安定時間は0.5～5.0時間の範囲で適宜選択すればよい。なお、本発明では、上述の主成分の原料に限らず、2種以上の金属を含む複合酸化物の粉末を主成分の原料としてもよい。例えば、塩化鉄、塩化マンガンを含有する水溶液を酸化培焼することによりFe、Mnを含む複合酸化物の粉末が得られる。この粉末とZnO粉末を混合して主成分原料としてもよい。このような場合には、仮焼きは不要である。

【0018】

同様に副成分の原料として、酸化物または加熱により酸化物となる化合物の粉末を用いることもできる。具体的には、SiO₂、CaCO₃、Nb₂O₅、ZrO₂、Ta₂O₅、V₂O₅、GeO₂、In₂O₅、Ga₂O₅、SnO₂、TiO₂等を用

いることができる。これら副成分の原料粉末は、仮焼き後に粉碎された主成分の粉末と混合される。ただし、主成分の原料粉末と混合した後に、主成分とともに仮焼きに供することもできる。

【0019】

主成分および副成分からなる混合粉末は、後の成形工程を円滑に実行するために顆粒に造粒される。造粒は例えばスプレードライヤを用いて行うことができる。混合粉末に適当な結合材、例えばポリビニルアルコール（PVA）を少量添加し、これをスプレードライヤで噴霧、乾燥する。得られる顆粒の粒径は80～200 μm 程度とすることが望ましい。

【0020】

得られた顆粒は、例えば所定形状の金型を有するプレスを用いて所望の形状に成形され、この成形体は焼成工程に供される。

焼成工程においては、焼成温度と焼成雰囲気を制御する必要がある。

焼成温度は1250～1450℃の範囲から適宜選択することができるが、本発明のフェライト材料の効果を十分引き出すには、1300～1400℃の範囲で焼成することが望ましい。

【0021】

本発明によるフェライト材料は、93%以上、さらに望ましくは95%以上の相対密度を得ることができる。

本発明によるフェライト材料は、平均結晶粒径は5～30 μm の範囲とすることが望ましい。結晶粒径が小さいとヒステリシス損失が大きくなり、一方結晶粒径が大きいと渦電流損失が大きくなるからである。望ましい平均結晶粒径は、10～20 μm である。

【0022】

【実施例】

以下、本発明を具体的な実施例に基づいて説明する。

（第1実施例）

表1に示す組成を有するフェライトコアを作製した。

主成分の原料には、Fe₂O₃粉末、MnO粉末、ZnO粉末およびNiO粉末

を用い、これらを湿式混合した後、900℃で2時間仮焼した。

次いで、主成分の原料の仮焼物と副成分の原料とを混合した。副成分の原料には、 SiO_2 粉末、 CaCO_3 粉末、 Nb_2O_5 粉末を用いた。主成分原料の仮焼物に副成分の原料を添加して、粉碎しながら混合した。粉碎は、仮焼物の平均粒径が約 $1.5\mu\text{m}$ となるまで行った。得られた混合物にバインダを加え、顆粒化した後、成形してトロイダル形状の成形体を得た。

【0023】

得られた成形体を酸素分圧制御下において、温度1350℃（安定部5時間、安定部酸素分圧1%）で焼成することにより、フェライトコアを得た。

また、このフェライトコアを用いて、100℃における飽和磁束密度（ B_s ，測定磁界： 1194 A/m ）、コア損失の最小値（ P_{cv} ，測定条件： 100 kHz 、 200 mT ）、初透磁率（ μ_i ，測定温度： 25°C ）を測定した。その結果を表1に併せて示す。また、表1中、従来例1～4は、特開2000-159523号公報に開示されたMnZn系フェライト材料の特性等を示している。

【0024】

【表 1】

	Fe ₂ O ₃ (mol%)	MnO (mol%)	ZnO (mol%)	NiO (mol%)	Bs (mT)	Pcv (kW/m ³)	B.Temp. (°C)	μ _i	副成分
比較例 1	60.0	21.0	15.0	4.0	467	1410	60	824	
実施例 1	63.0	17.0	18.0	2.0	494	661	100	1059	
実施例 2	65.0	17.0	16.0	2.0	515	897	100	784	
実施例 3	67.0	18.5	14.0	0.5	505	988	100	702	
比較例 2	70.0	14.5	15.0	0.5	463	2675	100	389	
比較例 3	67.0	21.0	10.0	2.0	475	1225	80	742	SiO ₂ :100ppm CaCO ₃ :1500ppm Nb ₂ O ₅ :200ppm
実施例 4	65.0	19.0	14.0	2.0	519	964	80	928	
実施例 5	64.0	16.5	18.0	1.5	501	770	100	901	
比較例 4	65.0	13.5	21.0	0.5	474	1045	140	571	
実施例 6	67.0	18.5	14.0	0.5	505	988	100	702	
実施例 7	64.0	18.0	16.0	2.0	500	731	80	1074	
実施例 8	64.0	18.0	14.0	4.0	515	943	100	819	
比較例 5	64.0	16.0	14.0	6.0	512	1358	120	584	
従来例 1	70.0	15.0	15.0	—	470	3207	140	220	*1
従来例 2	60.0	25.0	15.0	—	456	1431	20	1300	
従来例 3	70.0	10.0	20.0	—	468	2818	40	250	*2
従来例 4	70.0	10.0	20.0	—	503	1846	100	490	

Bs : 飽和磁束密度 (100°C)

Pcv : ボトム温度におけるコア損失

B.Temp. : ボトム温度

μ_i : 初透磁率 (25°C)

焼成 : 酸素分圧 1%、1350°C

副成分 *1: SiO₂:60ppm CaCO₃:700ppm Nb₂O₅:250ppm Ta₂O₅:50ppm*2: SiO₂:100ppm CaCO₃:700ppm Ta₂O₅:300ppm

【0025】

表 1 に示すように、本発明によるフェライト材料は、従来例 1～4 と同等の 450 mT 以上の飽和磁束密度を有していながら、コア損失が 1000 kW/m³ 以下となっており、従来例対比、コア損失が相当程度低減されていることがわかる。特に、本発明によれば、500 mT 以上の飽和磁束密度および 900 kW/m³ 以下、さらには 800 kW/m³ のコア損失を得ることが可能である。

【0026】

比較例 1、実施例 1、実施例 2、実施例 3 および比較例 2 は、この順に Fe₂O₃ が増加している。その中で、Fe₂O₃ が 60.0 mol% と本発明の範囲より少ない場合、および 70.0 mol% と本発明の範囲より多い場合に飽和磁束

密度が低くかつコア損失が大きいことがわかる。

次に、比較例 3、実施例 4、実施例 5 および比較例 4 は、この順に ZnO が増加している。その中で、 ZnO が 10.0 mol % と本発明の範囲より少ない場合、および 21.0 mol % と本発明の範囲より多い場合に飽和磁束密度が低くコア損失が大きいことがわかる。

以上の結果より、高飽和磁束密度、かつ低コア損失を確保するために、 Fe_2O_3 を 62～68 mol % の範囲、 ZnO を 12～20 mol % の範囲に設定することが重要であることがわかる。

【0027】

実施例 6、実施例 7、実施例 8 および比較例 5 は、この順に NiO が増加している。この実施例および比較例を見ると、 NiO の添加によりコア損失や飽和磁束密度が変動していることがわかる。

NiO の添加により飽和磁束密度が向上すること、6.0 mol % 添加した比較例のコア損失が 1000 kW/m^3 を超えることを考慮して NiO の添加量を設定する必要がある。 NiO の添加量は 2～4 mol % 近傍とすることが最も望ましい。

【0028】

ボトム温度 (B.Temp.) に着目すると、本発明によるフェライト材料は、ボトム温度を 80～120℃ の範囲内に設定することができることがわかる。また、初透磁率 (μ_i) についても、本発明による実施例は、従来例と同等の値を得ていることがわかる。

【0029】

(第 2 実施例)

実施例 1 と同様の工程により、表 2 に示す組成を有するフェライトコアを作製するとともに、実施例 1 と同様に特性等を測定した。その結果を表 2 に併せて示す。

【0030】

【表 2】

	SiO ₂ (ppm)	CaCO ₃ (ppm)	Bs (mT)	Pcv (kW/m ³)	B.Temp. (°C)	μi
実施例10	100	1500	498	665	100	1182
実施例11	150	1500	496	689	100	1089
実施例12	200	1500	505	703	100	1002
比較例6	300	1500	507	1241	100	601
実施例13	150	1000	493	830	100	971
実施例14	150	2000	495	746	100	1083
比較例7	150	3000	492	1046	100	874

Bs : 飽和磁束密度(100°C)

Pcv : ボトム温度におけるコア損失

B.Temp. : ボトム温度

μi : 初透磁率(25°C)

焼成 : 酸素分圧1%、1350°C

主成分 : Fe₂O₃ : 63 mol% MnO : 17.5 mol%

ZnO:17.5 mol% NiO: 2 mol%

副成分 : Nb₂O₅:200ppm

【0031】

表2に示すように、第1副成分としてのSiO₂およびCaCO₃ともに、所定量の添加によりコア損失(Pcv)を低減できることがわかる。ただし、SiO₂の場合には300ppm、CaCO₃の場合には3000ppmの添加量になるとコア損失が大きくなる。

【0032】

(第3実施例)

実施例1と同様の工程により、表3に示す組成を有するフェライトコアを作製するとともに、実施例1と同様に特性等を測定した。その結果を表3に併せて示す。

【0033】

【表 3】

		添加量 (ppm)	Bs (mT)	Pcv (kW/m ³)	B.Temp. (°C)	μ_i
Nb ₂ O ₅	実施例15	100	508	911	100	785
	実施例16	200	507	812	100	875
	実施例17	300	505	1109	100	729
	比較例9	500	510	1253	100	782
ZrO ₂	実施例18	200	494	832	100	1000
	実施例19	500	505	795	100	942
	実施例20	800	514	1025	100	751
Ta ₂ O ₅	実施例21	200	494	1011	100	892
	実施例22	500	508	810	100	980
V ₂ O ₅	実施例22	200	510	1126	100	761
	実施例23	500	513	1070	100	583
GeO ₂	実施例24	200	494	827	100	936
	実施例25	500	497	977	100	851
In ₂ O ₅	実施例26	200	496	1165	80	900
	実施例27	500	502	1037	100	888
Ga ₂ O ₅	実施例28	200	493	1105	100	809
	実施例29	500	498	1067	100	866

Bs : 飽和磁束密度 (100°C)
B.Temp. : ボトム温度

Pcv : ボトム温度におけるコア損失
 μ_i : 初透磁率 (25°C)

他成分 : Fe₂O₃ : 64.0 mol% MnO : 17.5 mol% ZnO : 16.5 mol%
NiO : 2.0 mol% SiO₂ : 100 ppm CaCO₃ : 1500 ppm

【0034】

表3に示すように、第2副成分を添加しても、500 mT近傍の飽和磁束密度 (Bs) を有していながら、1200 kW/m³以下のコア損失 (Pcv) が得られることがわかった。第2副成分の中では、Nb₂O₅、ZrO₂、Ta₂O₅およびGeO₂の効果が大きい。そのNb₂O₅について言えば、400 ppmを超える量の添加はかえってコア損失を増大させるので、400 ppm以下の添加量とすることが望ましい。

【0035】

(第4実施例)

実施例1と同様の工程により、表4に示す組成を有するフェライトコアを作製するとともに、実施例1と同様に特性等を測定した。その結果を表4に併せて示す。

【0036】

【表4】

	SnO ₂ (ppm)	TiO ₂ (ppm)	Bs (mT)	Pcv (kW/m ³)	B.Temp. (°C)	μi
実施例30	1000	0	496	1049	100	821
実施例31	5000	0	491	1103	100	690
実施例32	0	1000	498	1188	100	695
実施例33	0	3000	493	995	100	680
実施例34	0	5000	485	930	100	680

Bs : 飽和磁束密度 (100°C)

Pcv : ボトム温度におけるコア損失

B.Temp. : ボトム温度

μi : 初透磁率 (25°C)

他成分 : Fe₂O₃ : 64.0 mol% MnO : 17.5 mol% ZnO : 16.5 mol%NiO : 2.0 mol% SiO₂ : 100 ppm CaCO₃ : 1500 ppm

【0037】

表4に示すように、第3副成分としてSnO₂またはTiO₂を添加することにより、コア損失 (Pcv) を低減できることがわかる。ただし、その添加量が多くなると飽和磁束密度 (Bs) が低下する傾向にあるため、添加する場合には10000 ppm以下の量とすることが望まれる。

【0038】

(第5実施例)

焼成温度を表5に示す条件とする以外は実施例1と同様の工程により、表5に示す組成を有するフェライトコアを作製した。実施例1と同様に特性等を測定した結果を表5に併せて示す。

【0039】

【表5】

	Fe ₂ O ₃ (mol%)	MnO (mol%)	ZnO (mol%)	NiO (mol%)	焼成温度 (°C)	B _s (mT)	P _{cv} (kW/m ³)	B.Temp. (°C)	μ _i	相対密度 (%)	平均結晶 粒径 (μm)
実施例35	64.0	17.5	16.5	2.0	1300	489	746	100	1390	95.0	10
実施例36	65.0	17.6	16.6	3.0	1300	496	813	100	847	-	-
実施例37	66.0	17.7	16.7	4.0	1300	508	944	100	830	-	-
実施例38	67.0	17.8	16.8	5.0	1300	497	733	100	919	-	-
実施例39	68.0	17.9	16.9	6.0	1300	499	755	100	910	-	-
実施例40	64.0	17.5	16.5	2.0	1330	502	827	100	879	96.9	13
実施例41	64.0	17.5	16.5	2.0	1350	506	840	100	855	97.7	16
実施例42	64.0	17.5	16.5	2.0	1380	517	1022	100	693	98.1	20
実施例43	64.0	17.5	16.5	2.0	1400	502	1189	100	593	97.4	25

【0040】

表5に示すように、焼成温度が高くなるにつれて飽和磁束密度(B_s)は向上する傾向にあるがコア損失(P_{cv})が高くなり、また初透磁率(μ_i)が低下

B_s: 飽和磁束密度(100°C) P_{cv}: ボトム温度におけるコア損失B.Temp.: ボトム温度 μ_i: 初透磁率(25°C)副成分: SiO₂: 100 ppm CaCO₃: 1500 ppm Nb₂O₅: 200 ppm実施例36: 上記+MoO₃ 100ppm実施例37: 上記+MoO₃ 200ppm

実施例38: 上記+P 17ppm

実施例39: 上記+P 27ppm

する傾向にある。したがって、焼成温度は1300～1380℃の範囲で設定することが望ましい。

実施例35、実施例40～43については、相対密度および平均結晶粒径を測定した。その結果を表5に併せて示す。いずれも相対密度は95%以上を示し、平均結晶粒径は10～25 μm の範囲にあることがわかる。

また、実施例36～39の結果から、 MoO_3 、Pが1300℃という比較的低温の焼成温度であっても、高い飽和磁束密度を得るために有効な元素であることがわかる。なお、実施例38、39以外の実施例も不純物としてPを7 ppm程度含んでいる。

【0041】

(第6実施例)

焼成時の酸素分圧および温度を表6に示す条件とする以外は実施例1と同様の工程により、表6に示す組成を有するフェライトコアを作成した。実施例1と同様に特性等を測定した結果を表6に併せて示す。

【0042】

【表 6】

	Fe ₂ O ₃ (mol%)	MnO (mol%)	ZnO (mol%)	NiO (mol%)	焼成温度 (°C)	PO ₂ (%)	Bs (mT)	P _{cv} (kW/m ³)	B.Temp. (°C)	μ _i
実施例44	63.0	17.5	17.5	2.0	1350	2.0	496	687	100	1129
実施例45	63.0	17.5	17.5	2.0	1350	1.5	498	675	100	1132
実施例46	63.0	17.5	17.5	2.0	1350	1.0	498	673	100	1209
実施例47	63.0	17.5	17.5	2.0	1350	0.5	495	766	100	1074
実施例48	63.0	17.5	17.5	2.0	1350	0.2	498	948	80	1073

Bs : 飽和磁束密度(100°C) P_{cv} : ボトム温度におけるコア損失
 B.Temp. : ボトム温度 μ_i : 初透磁率(25°C)

副成分 : SiO₂: 100 ppm CaCO₃: 1500 ppm Nb₂O₅: 200 ppm

【0043】

表6において、実施例44～48を見ると、焼成時の酸素分圧(P O₂)が変動するとコア損失(P c v)が変動する。そして、より低いコア損失を得たい場合には、焼成時の酸素分圧を1%以上にすることが望ましいことがわかる。

【0044】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、高温域における飽和磁束密度が高く、かつ低損失なフェライト材料を得ることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温域における飽和磁束密度が高く、かつ損失が低いフェライト材料の提供を課題とする。

【解決手段】 Fe_2O_3 : 62~68mol%、 ZnO : 12~20mol%、 NiO : 0.2~5mol%、残部実質的に MnO を主成分とする焼結体とする。この焼結体によれば、100℃における飽和磁束密度が450mT以上（測定磁界: 1194A/m）、コア損失の最小値が1200kW/m³以下（測定条件: 100kHz、200mT）、コア損失が最小値を示す温度であるボトム温度が60~130℃、かつ室温における初透磁率が700以上の特性を得ることができる。

【選択図】 なし

【書類名】 手続補正書
【提出日】 平成14年10月 8日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2002-280545
【補正をする者】
【識別番号】 000003067
【氏名又は名称】 ティーディーケイ株式会社
【代理人】
【識別番号】 100100077
【弁理士】
【氏名又は名称】 大場 充

【手続補正 1】**【補正対象書類名】** 特許願**【補正対象項目名】** 発明者**【補正方法】** 変更**【補正の内容】****【発明者】****【住所又は居所】** 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケー株式会社内**【氏名】** 高川 建弥**【発明者】****【住所又は居所】** 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケー株式会社内**【氏名】** 福地 英一郎**【発明者】****【住所又は居所】** 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケー株式会社内**【氏名】** 村瀬 琢**【その他】** 本願は、願書に表記中の発明者が「高川 建弥」、「福地 英一郎」及び「村瀬 琢」の3名のうち、「高川 建弥」とすべきところ、誤って「高山 建弥」と記載して出願してしまいました。この発明者の誤記に至ったのは、本件出願依頼書に「高川 建弥」と記載されているのに係らず、出願時の代理人が「高川」を「高山」と見間違えて出願したことによるものです。そこで、本願の発明者を変更いたしたく、ここに手続補正書を提出致しますので、手続き方、宜しくお願い申し上げます。**【提出物件の目録】****【物件名】** 宣誓書 1**【提出物件の特記事項】** 追って補充する

【プルーフの要否】 要

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-280545
受付番号	50201511590
書類名	手続補正書
担当官	土井 恵子 4264
作成日	平成14年11月18日

<認定情報・付加情報>

【補正をする者】

【識別番号】	000003067
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋1丁目13番1号
【氏名又は名称】	ティーディーケイ株式会社

【代理人】

申請人	
【識別番号】	100100077
【住所又は居所】	東京都千代田区岩本町1丁目4番3号 KMビル 8階 大場国際特許事務所
【氏名又は名称】	大場 充

次頁無

特願 2 0 0 2 - 2 8 0 5 4 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 3 0 6 7]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 3 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都中央区日本橋 1 丁目 1 3 番 1 号

氏 名

ティーディーケイ株式会社

2. 変更年月日

2 0 0 3 年 6 月 2 7 日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都中央区日本橋 1 丁目 1 3 番 1 号

氏 名

T D K 株式会社